

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

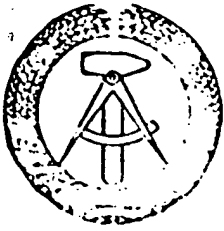
Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- BLURRY OR ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLATED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY DARK BLACK AND WHITE PHOTOS
- UNDECIPHERABLE GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**



# PATENTSCHRIFT 139 670

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 29 Absatz 1 des Patentgesetzes

Int. Cl.<sup>3</sup>

(11) 139 670 (45) 16.01.80 3(51) G 01 N 1/32  
(21) WP G 01 N / 201 538 (22) 17.10.77

(71) siehe (72)

(72) Hauffe, Wolfgang, Dr.rer.nat. Dipl.-Phys., DD

(73) siehe (72)

(74) Technische Universität Dresden, Direktorat für Forschung,  
BfN, 8027 Dresden, Mommsenstraße 13

(54) Vorrichtung zur Vorbereitung der Stoffproben für die  
Untersuchung

(57) Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Vorbereitung der Stoffproben für die Untersuchung in Rasterelektronenmikroskopen oder anderen Einrichtungen zur Analyse der Mikrostruktur. Ziel der Erfindung ist es, die Qualität der Probenvorbereitung zu verbessern. Die Erfindung löst die Aufgabe, die oberflächennahen Schichten der Probe an einer ausgewählten Stelle durch einen Schnitt in definiertem Verlauf freizulegen, wobei die Schnittfläche repräsentativ für den Materialaufbau ist. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß ein paralleles Ionenbündel zum Abtragen von Probenmaterial auf den Rand einer Blende, die sich dicht über oder direkt auf der Probe befindet, gerichtet ist und mit der Probenoberfläche einen Winkel kleiner 90° bildet. Mit der Vorrichtung können beliebige Festkörper, auch nichtmassive wie Fasern oder Pulver, für die Analyse der Mikrostruktur in oberflächennahen Bereichen vorbereitet werden, darunter auch die große Gruppe der Proben, die bei mechanischer Vorbereitung zu große Strukturstörungen erleiden. Nach vorheriger Trocknung können auch organische Substanzen, insbesondere biologische, zur Untersuchung vorbereitet werden. - Fig.1 - 8 Seiten



## Vorrichtung zur Vorbereitung der Stoffproben für die Untersuchung

### Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Vorbereitung der Stoffproben für die Untersuchung in Rasterelektronenmikroskopen oder anderen Einrichtungen zur Analyse der Mikrostruktur. Mit der Vorrichtung werden die oberflächennahen Schichten geschnitten und für die Untersuchung freigelegt. Die Vorrichtung kann beispielsweise zur Inspektion mikroelektronischer Bauelemente eingesetzt werden.

### Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es sind mechanische Schliffverfahren bekannt, die dazu dienen, schräge Schnitte oberflächennaher Schichten von Festkörperproben sichtbar zu machen. Beispielsweise wird beim Kugelschliffverfahren eine Kugelkalotte aus der Oberfläche herausgearbeitet. An ihren Flanken entsteht ein Schrägschliff durch die Oberfläche, dessen Neigungswinkel von der Tiefe des Anschliffs abhängt.

Die bekannten Schliffverfahren haben den Nachteil, daß die Lage der Schliffstelle auf der Oberfläche nicht mit mikroskopischer Genauigkeit festgelegt werden kann. Sie sind deshalb nur anwendbar, wenn der Schichtaufbau in größeren Oberflächenbereichen gleich ist. Weiterhin können mechanische Schliffverfahren nur bei solchen Werkstoffen angewendet werden, die spröde genug sind, um einer völligen Zerstörung (Verschmieren) in der Schliffzone zu widerstehen. In jedem Falle wird jedoch

das Gerüge in der Schliffzone erheblich beeinträchtigt, beispielsweise durch Zerstörung des Kristallgitters und die Erzeugung von Versetzungen bis in Bereiche hinein, die mehrere Zehntel Millimeter von der Schlifffläche entfernt liegen. Die durch den mechanischen Angriff gestörte Schicht verfälscht die Untersuchungsergebnisse vor allem dann, wenn außer der lichtmikroskopischen Betrachtung noch andere oberflächenphysikalische Untersuchungsverfahren angewendet werden sollen. Beispielsweise geht für die Beobachtung mit dem Rasterelektronenmikroskop der Orientierungskontrast verloren.

Neben mechanischen Verfahren zur Oberflächenabtragung sind Ionenstrahlverfahren bekannt, die dem Zweck dienen, definierte Oberflächenstrukturen zu erzeugen. Bei diesen Verfahren wird mit einem Ionenstrahl im Vakuum die Oberfläche senkrecht abgestäubt. Innerhalb einer vorgegebenen Fläche werden etwa gleichmäßig starke Schichten abgetragen. Verschiedene Komponenten der Probe werden durch die direkt einfallenden Ionen selektiv abgebaut. Es entsteht keine für den Materialaufbau repräsentative Schnittfläche.

#### Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, die Qualität der Probenvorbereitung zu verbessern.

#### Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Erfindung löst die Aufgabe, die oberflächennahen Schichten der Probe an einer ausgewählten Stelle durch einen Schnitt in definiertem Verlauf freizulegen, wobei die Schnittfläche repräsentativ für den Materialaufbau ist.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß ein paralleles Ionenbündel zum Abtragen von Probenmaterial auf den Rand einer Blende, die sich dicht über oder direkt auf der Probe befindet, gerichtet ist und mit der Probefläche einen Winkel kleiner  $90^\circ$  bildet. Vorzugsweise sind die Elemente in dem Rasterelektronenmikroskop untergebracht und durch an sich bekannte Mittel zum Verschieben, Schwenken und Drehen in ihrer Lage gegenüber der Richtung und dem Auftreffpunkt des Elektronenstrahls auf die Probefläche von außen einstellbar.

Die Blende wird auf oder über der Probe befestigt und ausgerichtet. Unter einem schrägen Winkel werden dann Probenoberfläche und Blende mit parallelen Ionen beschossen. An der scharfen Schattengrenze entsteht eine Böschungsfläche. Die erzeugte Böschungsfläche stellt einen Schnitt durch die Probe dar und hat folgende Eigenschaften: Ihre Lage und Form im Material wird durch die Art und Anordnung der Blende und die Einfallsrichtung des Ionenstrahls bestimmt. Die Böschungsfläche wird nicht von direkt einfallenden Ionen getroffen und daher auch bei Zusammensetzung der Probe aus verschiedenen Komponenten nicht selektiv abgebaut. Sie wird nicht mechanisch beansprucht, sondern nur von gestreuten Ionen getroffen. Sie ist daher für den Materialaufbau repräsentativ und kann nun sowohl mit elektronenmikroskopischen Mitteln als auch mit anderen Materialuntersuchungsverfahren (z.B. Mikroanalyse) untersucht werden und liefert Informationen über den Aufbau der Probe.

Besonders vorteilhaft ist es, wenn die Elemente im Rasterelektronenmikroskop (REM) untergebracht und von außen einstellbar sind. Unter dem Mikroskop kann die gewünschte Objektstelle ausgewählt und die Schnittfläche an dieser Stelle hergestellt werden, ohne daß die Probe noch einmal herausgenommen werden muß. Der Schnitt kann unter Beobachtung erfolgen und zur Analyse unterbrochen werden. Die richtige Lage des Schnittes kann kontrolliert und korrigiert werden.

Es ist auch möglich, die abschirmende Blende als zerstäubungshemmendes Material auf einen Teil der Probenoberfläche fest aufzubringen, z.B. aufzudampfen.

Die Probenvorbereitung ist auch an nichtkompaktem Material anwendbar, d.h. es können auch Schnitte durch poröses Material, durch Fasern oder Mikropartikel gelegt werden. Sie ist an allen Stoffen anwendbar, die im Vakuum beständig sind, also auch an biologischen Proben, wenn diese in bekannter Weise wie vor jeder elektronenmikroskopischen Abbildung getrocknet wurden.

Die Erfindung soll nachfolgend an einem Ausführungsbeispiel dargestellt werden.

Die Zeichnung zeigt die erfindungsgemäße Lösung in einem Rasterelektronenmikroskop.

Im Objektraum des Rasterelektronenmikroskops (REM) ist ein Ionenstrahler 1 so angebracht, daß ein paralleles Ionenbündel die Probenoberfläche in dem Gebiet 8 trifft, das auch vom Elektronenstrahl 4 des REM getroffen wird. Die Probe 9 befindet sich auf einem Kreuzzisch 10, der in bekannter Weise von außen durch zwei Verstelltriebe in zwei zueinander senkrechten Richtungen 11, 12 der Probenoberfläche verschoben werden kann. Auf diesem Kreuzzisch ist die Blende 14 so angeordnet, daß sie durch einen Verstelltrieb ebenfalls von außen in Richtung 13 über der Probenoberfläche verschoben und so die Lage der gewünschten Schnittfläche 6 festgelegt werden kann. Weiterhin sind Mittel vorgesehen, die Probe im Kreuzzisch um eine zur Probenoberfläche senkrechte Achse 5 zu drehen und den Kreuzzisch so zu kippen, daß diese Achse in eine beliebige Richtung zwischen der Richtung zum Ionenstrahler 1, der Richtung zum Elektronenstrahler 3 und der Richtung zum Elektronendetektor 7, die nicht in einer Ebene liegen müssen, eingestellt werden kann.

Der Ionenstrahler 1 liefert ein Parallelbündel von Edelgasionen, deren Energie zwischen 5 und 12 keV gewählt werden kann. Die Ionenstromdichte am Objekt beträgt bis zu  $20 \text{ uA/cm}^2$ . Die Ionenstrahlrichtung liegt in der Nähe der Detektorrichtung. Zwischen Ionenstrahler und Probe ist ein ausschwenkbarer Faraday-Becher angebracht, mit dem der Ionenstrahl gemessen, optimiert sowie ein- und ausgeblendet werden kann. Die Blende befindet sich grob vorjustiert auf der Probenoberfläche und wird mit einem Schraubtrieb feinjustiert, der über eine biegsame Welle von außen bedient werden kann. Die Blendenkante, die die Schnittlinie auf der Probenoberfläche festlegt, ist etwa parallel zur Kippachse der Objektebene.

Die Probe wird im REM abgebildet, um den Ort der gewünschten Schnittlinie festzulegen. Anschließend wird der Probentisch aus dem Mikroskop herausgenommen, die Blende dicht über der Probenoberfläche angebracht und mit Hilfe einer Lupe grob justiert. Danach wird die Probe erneut im REM abgebildet, wobei die Blende bereits genauer justiert werden kann. Ein kurzes Einschalten des Ionenstrahls (durch Aus- und Einschwenken des Faraday-Bechers) markiert die Schnittlinie und gestattet die

endgültige Feinjustierung. Die gewünschte Neigung der Schnittfläche in der Probe wird mit dem Kippwinkel der Probenebene zum Ionenstrahl eingestellt. Der Ionenstrahler wird nun bis zum Erreichen zur gewünschten Abtragtiefe eingeschaltet. Die Kontrolle darüber kann entweder unmittelbar während des Beschusses durch Abbildung der Probe mit Rückstreuelektronen oder während eingeschalteter Beschußpausen mit Sekundärelektronen geführt werden.

Erfindungsanspruch

1. Vorrichtung zur Vorbereitung der Stoffproben für die Untersuchung in einem Rasterelektronenmikroskop oder anderen Einrichtungen zur Analyse der Mikrostruktur, dadurch gekennzeichnet, daß ein paralleles Ionenbündel zum Abtragen von Probenmaterial auf den Rand einer Blende (14), die sich dicht über oder direkt auf der Probe befindet, gerichtet ist und mit der Probenoberfläche einen Winkel kleiner  $90^\circ$  bildet.
2. Vorrichtung nach Punkt 1, dadurch gekennzeichnet, daß ihre Elemente in dem Rasterelektronenmikroskop untergebracht und durch an sich bekannte Mittel zum Verschieben, Schwenken und Drehen in ihrer Lage gegenüber der Richtung und dem Auftreffpunkt des Elektronenstrahls (4) auf die Probenoberfläche von außen einstellbar sind.

Hierzu 1 Seiten Zeichnungen



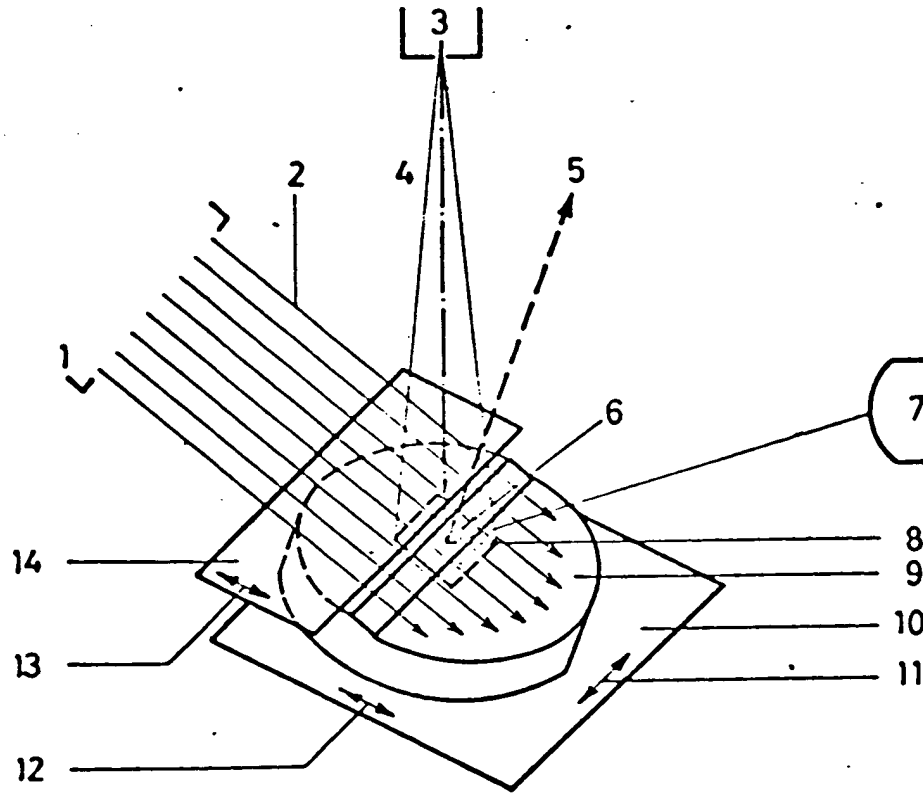


Fig. 1

# **Apparatus for the preparation of materials samples for investigation.**

**Hauffe**

## **Application area of the invention.**

The invention relates to an apparatus for the preparation of materials samples for examination in a scanning electron microscope or other microstructure analysis system. The apparatus is used to cut and expose near-surface sections for examination. The apparatus can be used, for example, to inspect microelectronic structures.

## **Characteristics of known technical solutions**

Mechanical polishing techniques are known, which can be used to expose angled sections of near-surface layers of solid samples. For example, dimple grinding can be used to remove surface material. An angled section of the sample is exposed towards the perimeter of the dimpled area, the angle being dependent on the depth and diameter of the dimpled region.

The established polishing techniques have the disadvantage that the location of the polished area cannot be determined with microscopic accuracy. These techniques can therefore only be used in situations where the surface structure is uniform over a large area. In addition, mechanical polishing techniques can only be used on materials that are resistant to deformation (smearing) during polishing. In any case, the polishing modifies the sample surface, for example by changing the crystal lattice structure extending out beyond the polished area. The sample damage caused by mechanical polishing leads to false conclusions in the investigation, especially when, in addition to light microscopic observation, other surface examination techniques are used. For example the crystal orientation contrast disappears when the sample is examined in a scanning electron microscope.

In addition to removing surface layers through mechanical polishing, such layers can be removed using ion bombardment, thereby revealing specific surface information. In this technique an ion beam in vacuum is used to remove surface material. Surface material is removed fairly uniformly within the irradiated area. Various surface components of the sample are selectively removed as a result of ion bombardment. This technique does not, however, reveal a cross section of the sample.

## **Goal of the invention**

It is the goal of the invention to improve the quality of specimen preparation.

### Description of the implementation of the invention.

The invention reveals the structure of the near-surface layers of a sample at a selected location by sectioning the sample and revealing the cross section structure.

A mask is located close to, or directly on top of, a sample. The edge of this mask and the sample are irradiated by a parallel beam of ions at an angle less than 90 degrees. These components are installed in a scanning electron microscope such that they can be moved via external controls relative to the electron beam of the SEM. The mask is positioned over the sample or attached to it. The sample and mask are then bombarded by a parallel ion beam at an angle of less than 90 degrees. Material is removed from the sample in a region extending out from the edge of the mask shadow. A cross section of the sample is therefore generated, whose position and shape is determined by the form and location of the mask and the direction of the incident ion beam. The surface of the section is not bombarded directly by the incident ion beam and is therefore not subject to selective material removal. It is not mechanically stressed and is only subjected to scattered ion irradiation. It is therefore representative of the surface structure and can be examined in an electron microscope or other analytical instrument (e.g. microanalyzer) to reveal information about the build up of the surface structure of the sample.

It is particularly advantageous when the components are built into a scanning electron microscope (SEM) and can be adjusted remotely. Under microscope observation, the area of interest can be selected without having to remove the sample. The progress of the sectioning can be observed and stopped at any time. The location of the section can be observed and adjustments made as required.

It is also possible to lay a mask of low sputtering-rate material directly on the sample surface e.g. by evaporation.

This technique can also be used to prepare non-solid samples such as porous materials, fibers or micro particles. It can be used on all materials that are vacuum compatible, also on biological samples that have been dried.

### The invention will be described in the following example.

The drawing shows an example incorporated in a scanning electron microscope.

An ion gun 1 is mounted inside the specimen chamber of a scanning electron microscope (SEM) such that a parallel ion beam irradiates a region 8 of a sample surface, which is also irradiated by the electron beam 4 of the SEM. The sample 9 is located on an X,Y stage 10, which can be driven in two orthogonal directions 11,12 via external controls. The mask 14 is mounted to the stage such that it can be moved in the direction 13 relative to the sample surface, such that the location of the desired section 6 can be selected. In addition, there is a provision to rotate the stage about an axis 5 which is at right angles to the sample surface. Further, the stage can be tilted such that the axis 5 can be set to lie

between the axis of the ion gun 1, the axis of the electron beam 3 and the axis of the electron detector 7, which do not have to lie on one plane.

The ion gun 1 produces a parallel beam of noble gas ions whose energy can be selected between 5 and 12keV. The maximum ion beam current density at the sample is 20micro amps per square centimeter. The direction of the ion beam is near that of the detector. A removable Faraday cup is located between the ion gun and the sample, which allows the ion beam current to be measured and also serves as a beam shutter. The mask is set approximately relative to the sample and is then fine positioned using a screw adjustment mechanism. The edge of the mask, which determines the section location on the sample, is approximately parallel to the tilt axis of the sample surface.

The sample is imaged in the SEM in order to determine the desired location of the section. The SEM stage is then removed and the mask positioned close to the surface of the sample and approximately positioned using a magnifying glass. The stage is then returned to the SEM and the sample and mask imaged for fine adjustment. The ion beam is then turned on briefly (using the Faraday cup as a shutter) to mark the section location and allow further fine adjustment. The desired section angle is then set by adjusting the angle of the sample surface relative to the direction of the ion beam. The ion beam is then allowed to irradiate the sample surface until the desired section depth is achieved. The etching progress can be monitored during ion beam irradiation by observing a backscattered electron image or by switching the ion beam off periodically and observing a secondary electron image.

### Claims

1. Apparatus for the preparation of material samples for examination in a scanning electron microscope or other apparatus used to examine their microstructure, using an ion beam incident on the surface of the sample at an angle less than 90 degrees to remove material at the edge of a mask (14) located above or on top of a sample.
2. Apparatus in accordance with Claim 1 whose components are located within a scanning electron microscope such that they can be moved laterally, tilted and rotated via external controls relative to the direction of and area irradiated by the electron beam (4).

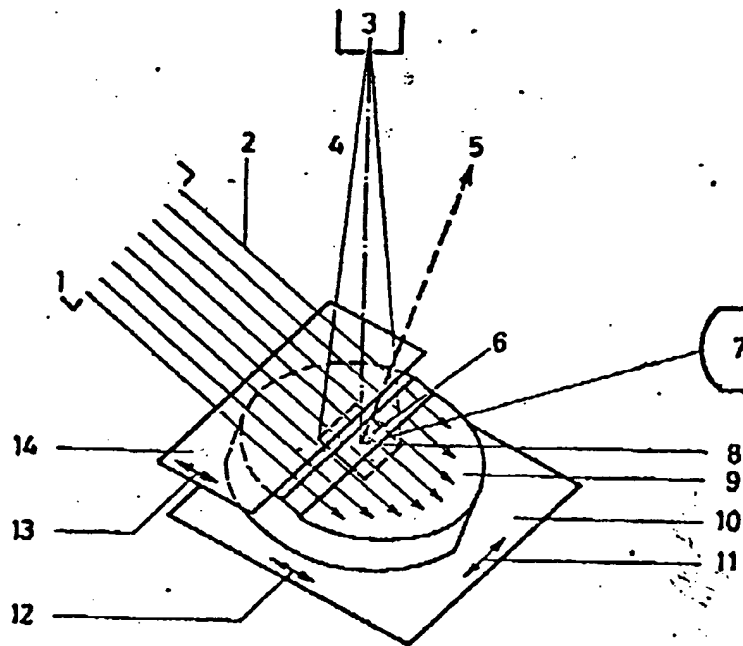


Fig. 1

17081977-008856